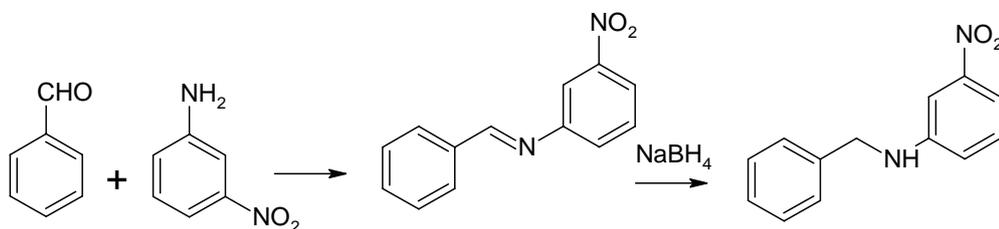


Problem 36

問題 36 N-ベンジル-3-ニトロアニリンの合成

以下の反応スキームに従って、N-ベンジル-3-ニトロアニリンの簡単な合成を行なう。



25cm³の三角フラスコ中で1.1gのメタ-ニトロアニリンを10cm³のエタノールに溶かしなさい。この混合物に1.5cm³のベンズアルデヒドを加えなさい。

時々振り混ぜながらそのフラスコを20分間放置しなさい。

フラスコを氷水浴に浸けなさい。

冷却することにより固形物が沈殿する。

それをガラスフィルタで集めなさい。

フラスコ内に残った固形物をフィルタ上に流し込むのにろ液を用いてもよい。

生成物はある程度アルコールに可溶であるので、フィルタ上でそれを洗わないこと。吸引して乾燥させなさい。

薄層クロマトグラフィー(TLC)のために少量の試料を取り分けておきなさい。

固体物質を100cm³の三角フラスコにとり、20cm³のエタノールでそれを溶かしなさい。

振り混ぜながら、ゆっくりと0.5gのNaBH₄を少量ずつこの溶液に加えなさい。

更に15分間フラスコを振り混ぜ続けた後に、内容物を50cm³の氷水に注ぎ込みなさい。

沈殿をガラスフィルタで集め、冷水で洗浄しなさい。

生成物を風乾し、秤量しなさい。

出発物質、中間生成物、および最終生成物のクロマトグラフ特性を比較しなさい。

展開剤としてヘキサン/酢酸エチルアセテート=4:1を用いた場合のシリカプレート上の薄層クロマトグラムを作成しなさい。

スポットを可視化するための方法を示しなさい。

中間生成物と最終生成物の純度について論じなさい。

		R phrases	S phrases
メタ-ニトロアニリン	固体	23/24/25-33-52/53	28-36/37-45-61
ベンズアルデヒド	固体	22	24
NaBH ₄	固体	15-24/25-34	22-26-36/37/39-43-45
エタノール	abs.	11	7-16
ヘキサン		11-38-48/20-51/53-62-65-67	9-16-29-33-36/37-61-62
酢酸エチル		11-36-66-67	16-26-33

訳注：

R phrases: Risk Phrasesのこと。その試薬を扱う際に、どのような危険性があるかについての分類番号。

S phrases: Safety Phrasesのこと。その試薬を扱う際に、どのような安全予防措置をとる必要があるかについての分類番号。

R phrases

- 11 強い引火性
- 15 水との接触により非常に引火性の高い気体が発生
- 22 飲み込むと有害
- 23/24/25 吸入したり、皮膚に触れたり、飲み込むと有毒
- 24/25 皮膚に触れたり、飲み込むと有毒
- 33 蓄積の危険性がある
- 34 火傷の危険性がある
- 36 目に対する刺激性がある
- 38 皮膚に対する刺激性あり
- 48/20 有害：長時間の吸入により健康への重大な損害の危険性あり
- 51/53 水生生物に有毒：水生環境に対し長期間の汚染を生ずる可能性
- 52/53 水生生物に有害：水生環境に対し長期間の汚染を生ずる可能性
- 62 生殖機能を害するリスクの可能性
- 65 有害：飲み込むと肺に損傷が生ずる可能性
- 66 暴露の繰り返しにより皮膚の乾燥やひび割れを生じる可能性
- 67 蒸気は眠気やめまいを引き起こす可能性

S phrases

- 7 容器を密閉する
- 9 容器を換気のよい場所におく
- 16 着火源から離しておくー禁煙
- 22 ダストの吸入しない
- 24 皮膚との接触を避ける
- 26 目に入った場合は、すぐに大量の水で目を洗浄し、医師の診断を受けること
- 28 皮膚に付いた場合は、すぐに大量の水で洗浄する
- 29 流しに流さないこと

33 静電気に対する予防措置を講ずる

36/37 適切な防護服と手袋を着用する

36/37/39 適切な防護服と手袋、保護めがね／フェイスガードを着用する

43 火災の際の注意（適切な消火用具の表示をおこなう。 水の使用により被害が増大する場合は「注水禁止」を追加）

45 事故の際や使用中に体の具合が悪くなった際には、ただちに医師の診断を受けること（可能ならば医師にラベルを見せる）

61 大気中に放出しないこと。 特記事項／安全シートの記載を参照せよ

62 飲み込んだ場合は吐かせないでただちに医師の診断を受けること、その際に医師に容器またはラベルを見せること）

より詳細な説明については、例えば下記のHPを参照のこと

http://www.jaish.gr.jp/user/anzen/kag/kag_main01.html（E U理事会指令によるラベル類）

<http://www.ilpi.com/msds/ref/riskphrases.html>

<http://www.ilpi.com/msds/ref/safetyphrases.html>（ただし英語）